

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในสารดูดซับที่มาจากธรรมชาติ สามารถทำการวิเคราะห์ได้หลายวิธี เช่น วิธี Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 แบบคือ แบบที่ใช้เปลวไฟ (Flame Atomic Absorption Spectrophotometry) และแบบที่ไม่ใช้เปลวไฟ (Flameless Atomic Absorption Spectrophotometry) นอกจากนี้ยังสามารถวัดได้โดยวิธีทางเคมีไฟฟ้า เช่น วิธีทำให้เกิดสารประกอบที่มีแล้ววัดการดูดกลืนคลื่นแสง (Colourimetry Method) หรือวิธีโพลารोगราฟิ (Polarography) เป็นต้น

3.1 การนำตัวอย่างหรือสารดูดซับที่มาจากธรรมชาติ

ทำการเลือกนำตัวอย่างที่มาจากธรรมชาติ คือ

- 1.เปลือกไข่
- 2.ใยมะพร้าว
- 3.ถ่าน
- 4.เปลือกหอยแครง

3.2 อุปกรณ์

- 1.บีเกอร์
- 2.ถุงมือ
- 3.ขวดวัดปริมาตร
- 4.กระดาษกรอง
- 5.ฟอยด์
- 6.พาราฟิล์ม
- 7.หลอดหยด
- 8.ปิเปต ขนาด 25 ml
- 9.ขวดพลาสติกขนาด 500 ml , 1000 ml
- 10.แท่งแก้วคน
- 11.ช้อนตักสาร
- 12.ขวดรูปชมพู่ ขนาด 100 ml , 250 ml

3.3 เครื่องมือ

1. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
2. เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) บริษัท GBC รุ่น

Avanta ประเทศออสเตรเลีย

3. เตาให้ความร้อน
4. ตู้อบยี่ห้อ Memmert
5. Micropipette
6. ชุดกรอง Buchner Funnel

3.4 สารเคมี

1. กรดไนตริกเข้มข้น (HNO_3)
2. น้ำกลั่นและน้ำปราศจากไอออน (Deionization Water)
3. PbCl_2
4. $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
5. NaNO_3
6. NaCl
7. CaNO_3
8. KNO_3

3.5 วิธีดำเนินการวิจัย

3.5.1 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายมาตรฐานของโลหะแต่ละชนิด

(1) สารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้น 200 ppm ปริมาตร 500 ml

ชั่ง PbCl_2 0.1828 g ปรับปริมาตรด้วย 0.01 M HNO_3 500 ml ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml

เตรียมสารละลายมาตรฐานจาก stock solution (500 ml) ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0, 3.10, 0, 15.0 ppm ปิเปตโดยใช้ Micropipette จาก stock solution 25, 50, 150, 250, 500, 750 ไมโครลิตร ตามลำดับ ปรับปริมาตรด้วย 0.01 M ของกรดไนตริก (0.01

M HNO₃) จนครบ 10 ml ในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 ml จะได้สารละลายที่มีความเข้มข้นต่างๆ ตามลำดับ ทำสารละลายทั้งหมดมาวิเคราะห์เพื่อทำกราฟมาตรฐาน

(2) สารละลายมาตรฐานสังกะสี (ZnSO₄) ความเข้มข้น 200 ppm ปริมาตร 500 ml

ซึ่ง ZnSO₄ 0.2470 g ปรับปริมาตรด้วย 0.01 M HNO₃ 500 ml ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml เตรียมสารละลายมาตรฐานจาก stock solution (500 ml) ที่ความเข้มข้น 0.2,0.6,1.0,1.8,2.6,3.6 ppm ปีเปตโดยใช้ Micropipette จาก stock solution 10,30,50,90,130,180 ไมโครลิตร ตามลำดับ ปรับปริมาตรด้วย 0.01 M ของกรดไนตริก (0.01 M HNO₃) จนครบ 10 ml ในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 ml จะได้สารละลายที่มีความเข้มข้นต่างๆ ตามลำดับ ทำสารละลายทั้งหมดมาวิเคราะห์เพื่อทำกราฟมาตรฐาน

3.5.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง

นำตัวอย่างทั้ง 4 ชนิดมา คือ เปลือกไข่ ไยมะพร้าว ถ่าน เปลือกหอยแครง แล้วนำเฉพาะเปลือกไข่กับเปลือกหอยแครงมาล้างน้ำให้สะอาด จากนั้นนำตัวอย่างทั้ง 4 ชนิดไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนกว่าตัวอย่างจะแห้งอย่างน้อย 1-2 ชม. นำตัวอย่างที่อบแล้วมาบดให้ละเอียดหรือจนเป็นผง จากนั้นเก็บตัวอย่างที่บดละเอียดไว้ในขวดรูปชมพู่แล้วปิดฝาให้สนิทด้วยจุกคอร์ก เพื่อไม่ให้อากาศเข้าไปในตัวอย่าง แล้วนำตัวอย่างมาชั่ง ตามปัจจัยทั้ง 5 ข้อ ดังนี้

(1) หาผลของปริมาณของสารดูดซับเริ่มต้นที่ความเข้มข้น 200 ppm ใน 0.01 M HNO₃

โดยการชั่งตัวอย่างที่น้ำหนักต่างกัน ดังนี้ 0.05 , 0.10 , 0.15 , 0.20 , 0.25 , 0.30 g ตามลำดับ ในปิเก็ตขนาด 50 ml ละลายด้วย 0.01M HNO₃ ที่มี PbCl₂ 0.1828 g และ ZnSO₄ 0.2470 g ผสมอยู่ ลงไป 25 ml ทุกปิเก็ต ปิดฝาด้วยฟอยด์ชั้นที่ 1 และชั้นที่ 2 ปิดด้วยพาราฟิล์ม ใช้มือเขย่าเพื่อสารละลายกับตัวอย่างเข้ากัน ทิ้งไว้เป็นเวลานาน 24 ชม. หรือ 1 วัน จากนั้นนำสารละลายของเรามากรองด้วยชุดกรอง Buchner funnel ใช้กระดาษกรอง เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนออก ใส่ขวดแก้วใส ขนาด 30 ซีซี จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS

(2) หาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายโลหะหนักที่ความเข้มข้นต่างกัน ดังนี้ 50 , 100 , 150 , 200 , 250 ppm ใน 0.01M HNO₃ ตามลำดับ

โดยการชั่งตัวอย่างทั้ง 4 ชนิดน้ำหนักเท่ากันหมดที่ 0.2 g ในปิเก็ตขนาด 50 ml ละลายด้วย 0.01M HNO₃ ที่มี PbCl₂ และ ZnSO₄ ผสมอยู่ที่ความเข้มข้นต่างกัน ลงไป 25 ml ทุกปิเก็ต ปิดฝาด้วยฟอยด์ชั้นที่ 1 และชั้นที่ 2 ปิดด้วยพาราฟิล์ม ใช้มือเขย่าเพื่อสารละลายกับตัวอย่างเข้ากัน ทิ้งไว้เป็นเวลานาน 24 ชม. หรือ 1 วัน จากนั้นนำสารละลายของเรามากรองด้วยชุดกรอง Buchner funnel ใช้กระดาษกรอง เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนออก ใส่ขวดแก้วใส ขนาด 30 ซีซี จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS

(3) หาผลของค่า pH เริ่มต้นที่ต่างกัน คือ pH 2-6 ใน 0.01 M HNO₃

โดยการชั่งตัวอย่างทั้ง 4 ชนิดน้ำหนักเท่ากันหมดที่ 0.2g ในปิเก็ตขนาด 50 ml ละลายด้วย 0.01M HNO₃ ที่มี PbCl₂ และ ZnSO₄ ผสมอยู่ที่ความเข้มข้น pH ต่างกัน ลงไป 25 ml ทุกปิเก็ต ปิดฝาด้วยฟอยด์ชั้นที่ 1 และชั้นที่ 2 ปิดด้วยพาราฟิล์ม ใช้มือเขย่าเพื่อสารละลายกับตัวอย่างเข้ากัน ทิ้งไว้เป็นเวลานาน 24 ชม. หรือ 1 วัน จากนั้นนำสารละลายของเรามากรองด้วยชุดกรอง

Buchner funnel ใช้กระดาษกรอง เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนออก ใส่ขวดแก้วใส ขนาด 30 ซีซี จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS

(4) หาผลของไอออนอื่นๆ ดังนี้

- NaNO_3
- NaCl
- CaNO_3
- KNO_3

โดยการชั่งตัวอย่างทั้ง 4 ชนิดน้ำหนักเท่ากันหมดที่ 0.2g ในบีกเกอร์ขนาด 50 ml ละลายด้วย 0.01M HNO_3 ที่มีไอออนทั้ง 4 ชนิดนี้ผสมอยู่ในโลหะ PbCl_2 และ ZnSO_4 (NaNO_3 , NaCl , CaNO_3 , KNO_3) เพื่อต้องการทราบว่าไอออนมีผลต่อค่าของการดูดซับไหม โดยทำการปิเปตสารละลายลงไป 25 ml ทุกบีกเกอร์ ปิดฝาด้วยฟอยด์ชั้นที่ 1 และชั้นที่ 2 ปิดด้วยพาราฟิล์ม ใช้มือเขย่าเพื่อสารละลายกับตัวอย่างเข้ากัน ทิ้งไว้เป็นเวลานาน 24 ชม. หรือ 1 วัน จากนั้นนำสารละลายของเรามากรองด้วยชุดกรอง Buchner funnel ใช้กระดาษกรอง เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนออก ใส่ขวดแก้วใส ขนาด 30 ซีซี จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS

(5) หาความสามารถของสารดูดซับที่ความเข้มข้น 200 ppm ใน 0.01M HNO_3 แต่ตัวอย่างเป็นแบบหยาบหรือไม่ละเอียด

โดยการชั่งตัวอย่างทั้ง 4 ชนิดน้ำหนักเท่ากันหมดที่ 0.2g ในบีกเกอร์ขนาด 50 ml ละลายด้วย 0.01M HNO_3 ที่มี PbCl_2 และ ZnSO_4 ผสมอยู่ ลงไป 25 ml ทุกบีกเกอร์ ปิดฝาด้วยฟอยด์ชั้นที่ 1 และชั้นที่ 2 ปิดด้วยพาราฟิล์ม ใช้มือเขย่าเพื่อสารละลายกับตัวอย่างเข้ากัน ทิ้งไว้เป็นเวลานาน 24 ชม. หรือ 1 วัน จากนั้นนำสารละลายของเรามากรองด้วยชุดกรอง Buchner funnel ใช้กระดาษกรอง เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนออก ใส่ขวดแก้วใส ขนาด 30 ซีซี จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS